

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-003124

(43)Date of publication of application : 07.01.1997

---

(51)Int.Cl. C08F 8/44  
C08F255/00

---

(21)Application number : 07-151752

(71)Applicant : UBE IND LTD  
UBE REKISEN KK

(22)Date of filing : 19.06.1995

(72)Inventor : OKAMOTO HIDEMASA  
KUNIMURA MASARU  
YAMAMOTO YOSHIICHI  
TSURUYA IWAU

---

(54) MODIFIED AMORPHOUS POLYOLEFIN AND ITS CONTINUOUS PRODUCTION

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a modified amorphous polyolefin improved in flexibility, bondability, toughness, etc., by grafting an unsaturated carboxylic acid onto an amorphous polyolefin in the presence of an organic peroxide in an extruder to form an acid-modified amorphous polyolefin and neutralizing the product with a metal compound.

CONSTITUTION: An unsaturated carboxylic acid (anhydride) is grafted onto a polymer (A) containing at least 50mol % 3-8C  $\alpha$ -polyolefin in the presence of an organic peroxide in an extruder to obtain an acid-modified polyolefin. The product is partially or perfectly neutralized with an ionic metal compound (C) to obtain a modified amorphous polyolefin. The component A is particularly desirably a propylene (co)polymer having a number-average molecular weight of 3,000-30,000. The acid (anhydride) B is desirably of 4-8 carbon atoms and is exemplified by acrylic acid or maleic acid. The acid (anhydride) B is used in such an amount that the acid value of the obtained acid-modified amorphous polyolefin is 1-400mgKOH/g. The compound C is desirably a formate, oxide, hydroxide, methoxide, carbonate or the like of Na<sup>+</sup>, Mg<sup>++</sup> or Zn<sup>++</sup>.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 19.02.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 30.03.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-3124

(43) 公開日 平成9年(1997)1月7日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 F 8/44	MHV		C 0 8 F 8/44	MHV
255/00	MQC		255/00	MQC

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平7-151752

(22) 出願日 平成7年(1995)6月19日

(71) 出願人 000000206

宇部興産株式会社

山口県宇部市西本町1丁目12番32号

(71) 出願人 592144054

宇部レキセン株式会社

東京都品川区東品川2丁目3番11号 UB  
Eビル

(72) 発明者 岡本 秀正

大阪府枚方市中宮北町3番10号 宇部興産  
株式会社枚方研究所内

(74) 代理人 弁理士 伊丹 勝

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 改質された非晶質ポリオレフィンおよびその連続製造

方法

(57) 【要約】

【構成】 酸変性非晶質ポリオレフィンのカルボン酸基および/またはカルボン酸無水物基がイオン性金属化合物で部分的または完全に中和されてなる改質された非晶質ポリオレフィン。

【効果】 本発明の酸変性非晶質ポリオレフィンは柔軟性に加え接着性、強靱性、耐熱性、耐ビンホール性に優れ、包装材、成形加工材、各種接着剤、改質剤として広く使用することができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 酸変性非晶質ポリオレフィンのカルボン酸基および／またはカルボン酸無水物基がイオン性金属化合物で部分的または完全に中和されてなる改質された非晶質ポリオレフィン。

【請求項 2】 酸変性非晶質ポリオレフィンの非晶質ポリオレフィンが、炭素数 3～8 の  $\alpha$ -オレフィンを 50 モル%以上含有する重合体である請求項 1 に記載の改質された非晶質ポリオレフィン。

【請求項 3】 酸変性非晶質ポリオレフィンが、請求項 2 の非晶質ポリオレフィンに不飽和カルボン酸および／またはその酸無水物をグラフト共重合したものであって、その酸価が 1～400 mg KOH/g である請求項 1 に記載の改質された非晶質ポリオレフィン。

【請求項 4】 イオン性金属化合物が、周期律表の I、II、III、IV-A、VII 族の 1～3 価の原子価を有する金属の化合物である請求項 1 に記載の改質された非晶質ポリオレフィン。

【請求項 5】 押出機中で、(1) 請求項 2 の非晶質ポリオレフィンを不飽和カルボン酸および／またはその酸無水物、有機過酸化物により酸変性非晶質ポリオレフィンとする酸変性工程と (2) 酸変性非晶質ポリオレフィンをイオン性金属化合物で部分的または完全に中和する中和工程とを連続して行なうことを特徴とする改質された非晶質ポリオレフィンの連続製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、新規な改質された非晶質ポリオレフィンに関し、さらに詳しくは、接着性、強靱性、耐熱性、耐ピンホール性に優れた包装材、成形加工材、接着剤および各種樹脂の改質剤として広く使用することのできる改質された非晶質ポリオレフィンに関する。

## 【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】  $\alpha$ -オレフィン含量が 20～40 モル%のエチレン・ $\alpha$ -オレフィン共重合体ゴムに不飽和ジカルボン酸無水物をグラフト共重合させ、次いでそのジカルボン酸無水物基をナトリウムイオンもしくはカリウムイオンで部分的に中和することにより、引張強さ、永久伸びなどが改良されることは知られている（特公昭 62-17602 号）。一方、特定の非晶質低分子量ポリオレフィンへの不飽和カルボン酸誘導体のグラフト共重合体は特開平 1-282207 号に開示されているが、該グラフト共重合体のカルボン酸基および／またはカルボン酸無水物基がさらに金属イオンで中和されたものは未だ知られていない。すなわち、特開平 1-282207 号では、プロピレン成分が 71～95 モル%、エチレン成分が 29～5 モル%で、数平均分子量が 3,500～30,000 である非晶質低分子量プロピレン-エチレン共重合体に炭素数

3～10 の不飽和カルボン酸、その酸無水物およびそのエステルからなる不飽和カルボン酸誘導体成分が該ポリマー 100 重量部あたり 0.1～40 重量部グラフト共重合したものは各種樹脂の改質剤として、あるいは接着性、印刷性および染色性に優れた樹脂として使用することできると記載されているのみである。ところで、上記のような炭素数 3～8 の  $\alpha$ -オレフィンを 50 モル%以上含有する非晶質低分子量ポリオレフィンは軟質系ホットメルト接着剤の主原料として多用されている。上記のグラフト共重合体は接着性の向上という点では確かに十分に改質されているが、柔軟性、接着性という特徴に加えて、さらに強靱性と耐熱性が求められていた。したがって、本発明の目的は、柔軟性、接着性、強靱性、耐熱性、耐ピンホール性に優れた包装材、成形加工材、接着剤、および各種樹脂の改質剤として広く使用することのできる改質された非晶質ポリオレフィンを提供することにある。

## 【0003】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、鋭意検討を重ねた結果、酸変性非晶質ポリオレフィンのカルボン酸基および／またはカルボン酸無水物基がイオン性金属化合物で部分的または完全に中和された重合体が上記目的を達成することを見出した。

【0004】 以下本発明について詳細に説明する。本発明における酸変性非晶質ポリオレフィンの非晶質ポリオレフィンは、炭素数 3～8 の  $\alpha$ -オレフィンを 50 モル%以上含有する単独重合体、二元共重合体、または多元共重合体である。特に好ましくは、プロピレンの単独重合体、プロピレン・エチレン共重合体、プロピレン・ブテン-1 共重合体、ブテン-1・エチレン共重合体、プロピレン・ヘキセン-1 共重合体、プロピレン・4-メチルペンテン-1 共重合体、ブテン-1・ヘキセン-1 共重合体、プロピレン・エチレン・ブテン-1 三元共重合体、プロピレン・エチレン・ヘキセン-1 三元共重合体、プロピレン・エチレン・4-メチルペンテン-1 三元共重合体、プロピレン・ブテン-1・ヘキセン-1 三元共重合体、プロピレン・ヘキセン-1・オクテン-1 三元共重合体、プロピレン・ヘキセン-1・4-メチルペンテン-1 三元共重合体などのプロピレン成分あるいはブテン-1 成分を主成分とした非晶質ポリオレフィンが挙げられる。

【0005】 ポリプロピレンの非晶質のものとしては、結晶質ポリプロピレン製造時に副生するアタクチックポリプロピレンを用いてもよいし、直接プロピレン原料から生産してもよい。また、プロピレンあるいはブテン-1 と他の  $\alpha$ -オレフィンとの共重合体は所定のプロピレンあるいはブテン-1 成分を含有するように原料から目的生産して用いることができる。このような生産をする場合、例えば塩化マグネシウムに担持したチタン担持型触媒とトリエチルアルミニウムを用いて水素の存在下

たは不存在下で原料モノマーを重合して得ることができる。供給の安定性および品質の安定性の観点から目的生産された非晶質ポリオレフィンを使用することが望ましい。また該当する好適な市販品も適宜選択して用いることもできる。上記非晶質ポリオレフィンは、結晶融解熱量が20 Joule/g以下であることが好ましい。結晶融解熱量が上記範囲外では本発明の改質物において、常温付近での柔軟性が劣り好ましくない。

【0006】なお、結晶融解熱量は下記のように測定した。すなわち、この結晶融解熱量は、示差走査型熱量計による重合体の完全溶融状態の比熱曲線を低温側に直接外挿して得られる直線をベースラインとして計算される値である。その測定は、示差走査型熱量計として、島津製作所製：DSC-50を用い、サンプル量を約10mg、測定雰囲気窒素雰囲気とし、熱量標準としてインジウムを使用して行なった。また、加熱プログラムは次の通りであった。すなわち、サンプルを50℃/分の昇温速度で210℃まで昇温し210℃で5分間放置後、-10℃/分の降温速度で-42℃まで冷却し、-42℃で5分間放置する。その後20℃/分の昇温速度で-40℃から200℃まで測定を行なった。

【0007】また、上記非晶質ポリオレフィンの数平均分子量は2,000~40,000好ましくは、3,000~30,000である。数平均分子量が2,000未満ではポリマーとしての特性が発揮されず、本発明の改質物において、強靱さを欠くものになる。また、数平均分子量が40,000を超えると本発明の改質物において、常温付近での柔軟性と接着性が劣り好ましくない。なお、数平均分子量は、例えば、ゲル・パーミエーション・クロマトグラフィ（GPC）などの周知の方法によって測定することができる。

【0008】さらに上記非晶質ポリオレフィンは、沸騰n-ヘプタン不溶分、すなわち、沸騰n-ヘプタンによるソックスレー抽出不溶分が70重量%以下、好ましくは60重量%以下、特に好ましくは10重量%以下のものが望ましい。沸騰n-ヘプタン不溶分が70重量%より大きいと、非晶質部分の比率が少なくなり本発明の改質物において常温付近での十分な柔軟性が得られない。

【0009】本発明の酸変性非晶質ポリオレフィンは、前記非晶質ポリオレフィンに不飽和カルボン酸および/またはその酸無水物がグラフト共重合したものである。上記不飽和カルボン酸および/またはその酸無水物の炭素数は3~10の範囲であり、より好ましくは4~8である。炭素数が3未満ではポリマーへの着臭が強く、炭素数が10を超えるとグラフト反応が起こりにくい。炭素数が3ないし10の不飽和カルボン酸および/またはその酸無水物としては、例えばアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、シトラコン酸、テトラヒドロフタル酸、ビシクロ（2, 2, 1）ヘプト-2-エン-5, 6-ジカルボン酸などの不飽和カ

ルボン酸、無水マレイン酸、無水イタコン酸、無水シトラコン酸、テトラヒドロ無水フタル酸、ビシクロ（2, 2, 1）ヘプト-2-エン-5, 6-ジカルボン酸無水物などの不飽和カルボン酸の無水物が挙げられる。

【0010】グラフト共重合は公知の方法で実施される。例えば、非晶質ポリオレフィンと不飽和カルボン酸および/またはその酸無水物との熔融混合物にあるいはトルエン、キシレンなどの溶媒を用いた溶液に有機過酸化物を添加して行なう。また、有機過酸化物を添加しないでγ線などの電離放射線を照射してもよい。いずれの場合もこのグラフト共重合は空気、酸素の混入は避けるのが好ましく、窒素ガス、炭酸ガスなど不活性ガス雰囲気で行なうのが望ましい。

【0011】有機過酸化物としては、その半減期が1分となる分解温度が70~270℃の範囲のものが好ましく、例えば、アセチルシクロヘキシルスルホニルペルオキシド、ベンゾイルペルオキシド、ジクロロベンゾイルペルオキシド、ジキシルペルオキシド、ジ-tert-ブチルペルオキシド、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(tert-ブチルペルオキシ)ヘキシン-3, 1, 4-ビス(tert-ブチルペルオキシイソプロピル)ベンゼン、ラウロイルペルオキシド、tert-ブチルペルオキシアセテート、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(tert-ブチルペルオキシ)ヘキサン、tert-ブチルペルオキシベンゾエート、tert-ブチルペルオキシラウレート、tert-ブチルペルオキシイソブチレート、tert-ブチルペルオキシビバレート、クミルペルオキシオクトエート、tert-ブチルペルオキシ(2-エチルヘキサノエート)、tert-ブチルヒドロペルオキシド、tert-ブチルペルオキシイソプロピルモノカーボネート、クメンヒドロペルオキシドなどが挙げられる。

【0012】有機過酸化物を用いる場合のグラフト共重合温度は、非晶質ポリオレフィンの軟化点、有機過酸化物の分解温度により決まるが、一般に80~300℃である。

【0013】不飽和カルボン酸および/またはその酸無水物と有機過酸化物の配合量、グラフト共重合の温度・時間は、得られた酸変性非晶質ポリオレフィンの酸価が1~400mg KOH/g、好ましくは1~200mg KOH/gとなるよう適宜選択される。ここで、酸価とは、ポリマー1g当りの中和に要するKOHのmg数であり、この場合には酸変性非晶質ポリオレフィン中のカルボン酸基および/またはカルボン酸無水物基の濃度の目安に相当する。酸変性非晶質ポリオレフィンの酸価が1未満では極性が不十分であり、本発明の改質物において接着性などは発現しない。また、400を超えるものを得ようとする、非晶質ポリオレフィンの主鎖切断あるいは架橋などの副反応も起こって効果的な変性にならないので、400を超えるものは実際上好ましくない。

もちろん、本発明の酸変性非晶質ポリオレフィンとしては、該当する好適な市販品も適宜選択して用いることができる。

【0014】本発明の改質された非晶質ポリオレフィンは、前記酸変性非晶質ポリオレフィンのカルボン酸基および／またはカルボン酸無水物基をイオン性金属化合物で部分的または完全に中和して得られる。本発明のイオン性金属化合物は、周期律表のⅠ、Ⅱ、Ⅲ、Ⅳ-AおよびⅧ族の1～3価の原子価を有する金属の化合物から選ばれたものである。これらのうち、好適な化合物は

10 炭酸塩、酢酸塩、酸化物、水酸化物、メトキシド、エトキシド、炭酸塩および重炭酸塩である。また、好適な金属イオンは $\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{Ca}^{++}$ 、 $\text{Mg}^{++}$ 、 $\text{Zn}^{++}$ 、 $\text{Ba}^{++}$ 、 $\text{Fe}^{++}$ 、 $\text{Co}^{++}$ 、 $\text{Ni}^{++}$ 、 $\text{Fe}^{+++}$ 、および $\text{Al}^{+++}$ である。これらのうち、とくに $\text{Na}^+$ 、 $\text{Mg}^{++}$ および $\text{Zn}^{++}$ が有効に使用される。これら各種のイオン性金属化合物は必要に応じ組合わせて用いることができる。

【0015】前記酸変性非晶質ポリオレフィンのカルボン酸基および／またはカルボン酸無水物基は前記イオン性金属化合物によって中和されるが、該カルボン酸基および／またはカルボン酸無水物基の中和度は10%以上である。この中和度が10%未満では、本発明の改質物において、強靱性と耐熱性が発現しない。したがって、前記イオン性金属化合物の種類・量、中和反応の温度・時間は、中和度が10%以上となるよう適宜選択される。なお、この中和度は赤外吸収スペクトルにおけるカルボン酸金属イオン塩に基づく特性吸収から測定することができる。中和反応は、前記イオン性金属化合物が前記酸変性非晶質ポリオレフィンに均一に分散するような条件下で行なわれることが必要である。また、中和によって生成する副生物を容易に除去できるような措置も必要である。このために、一般に酸変性非晶質ポリオレフィンとイオン性金属化合物とを350℃以下の温度で溶融混合することによって行なうことが望ましい。また、溶媒を用いて溶液状態で中和することもできる。

【0016】本発明の改質された非晶質ポリオレフィンを工業的に製造するには、押出機が好適に用いられる。押出機としてはベント口付単軸、多軸押出機が使用できる。この場合、あらかじめ酸変性非晶質ポリオレフィンとして好適なものがあれば、そのまま押出機に供給してイオン性金属化合物と溶融混練すればよい。また、下記のように非晶質ポリオレフィンを押出機中で酸変性し、引続き押出機中でこれとイオン性金属化合物とを溶融混練してもよい。

【0017】（酸変性工程）複数のベント口付二軸押出機を使用し、非晶質ポリオレフィン、有機過酸化物、不飽和カルボン酸および／またはその酸無水物をホッパーまたはベント口より同時または別途投入する。シリンダー温度は非晶質ポリオレフィンの軟化点、有機過酸化物の分解温度により決まる。一般的に80～220℃であ

り、20秒～数分の溶融混練でグラフト共重合はほぼ完了する。

【0018】一般に非晶質ポリオレフィンは粘着性が強くベレット化が困難であるため、直接ホッパーから投入することはできない。したがって加熱溶融して定量ポンプでホッパーまたはベント口から供給するのが好ましい。この際の溶融、供給温度は非晶質ポリオレフィンの軟化点より20℃以上、約120～220℃が好ましい。また、この場合、不飽和カルボン酸および／またはその酸無水物が、例えば無水マレイン酸（融点53℃、沸点202℃の室温で白色のフレーク状ないし顆粒状）では、高温になるとその昇華が著しくなるため、溶融非晶質ポリオレフィンに配合して供給することは避け、溶融非晶質ポリオレフィンとは別にC、ないしC<sub>1</sub>から供給するのが好ましい。

【0019】有機過酸化物は使用する非晶質ポリオレフィンの軟化点に応じて選択する。有機過酸化物の分解半減期は温度により定まった値を有しているため、低軟化点の非晶質ポリオレフィンにグラフト共重合する場合には、分解半減期温度の低い有機過酸化物、例えばtert-ブチルペルオキシ（2-エチルヘキサノエート）

30 （パーブチルO、日本油脂（株）製、分解半減期1分温度：135℃）が、また、高軟化点の非晶質ポリオレフィンにグラフト共重合する場合には、分解半減期温度の高い有機過酸化物、例えばtert-ブチルペルオキシベンゾエート（パーブチルZ、日本油脂（株）製、分解半減期1分温度：170℃）が選ばれる。有機過酸化物は、均一なグラフト共重合を確保するために、非晶質ポリオレフィンおよび不飽和カルボン酸および／またはその酸無水物が押出機中で相互に溶融混練混合された状態に至る位置から定量供給されるのが好ましい。

【0020】なお、この間中間のベント口は未反応の不飽和カルボン酸および／またはその酸無水物を除去するため、減圧脱気する。脱気はトラップ付きの真空ポンプを用いて、20mmHg程度にまで減圧して行なう。なお、この除去を効率的に行なうために、系は溶融状態に保っておくことが必要である。通常、非晶質ポリオレフィンの軟化点より20℃以上、約120～220℃が好ましい。

40 【0021】（中和工程）次いで、イオン性金属化合物を、酸変性ゾーンのあとにあるベント口より供給して、酸変性非晶質ポリオレフィンとイオン性金属化合物とを溶融混練する。イオン性金属化合物は、一般に粉末状であり、定量フィーダーを用いてベント口に垂直に設けられた管より供給される。上記酸変性非晶質ポリオレフィンとイオン性金属化合物の溶融混練ゾーンの温度は、酸変性非晶質ポリオレフィンの軟化点、イオン性金属化合物の種類によって変化するが、通常約120～300℃である。この操作により、酸変性非晶質ポリオレフィンのカルボン酸基および／またはカルボン酸無水物基は、

イオン性金属化合物で中和される。なお、この間ダイス側に最も近いベント口は中和反応で副生する水などを除去するため、減圧脱気する。脱気はトラップ付きの真空ポンプを用いて、20 mmHg程度にまで減圧して行なう。なお、この除去を効率的に行なうために、系は熔融状態に保っておくことが必要である。通常、酸変性非晶質ポリオレフィンの軟化点より20℃以上、約120～220℃が好ましい。

【0022】本発明においては、所望に応じて各種添加剤、補強材、充填材、例えば、耐熱安定剤、酸化防止剤、光安定剤、帯電防止剤、滑剤、核剤、難燃剤、顔料または染料、ガラス繊維、硫酸マグネシウム繊維(MOS)、ソノトライト繊維、炭素繊維、炭酸カルシウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、水酸化マグネシウム、マイカ、タルク、クレーなどを添加することができる。本発明の改質された非晶質ポリオレフィンは、柔軟性、接着性、強靱性、耐熱性、耐ビンホール性に優れた包装材、成形加工材、接着剤および各種樹脂の改質剤として広く使用することができる。

【0023】

【実施例および比較例】

#### 実施例1

シリンダーブロックC<sub>1</sub>、～C<sub>11</sub>を有する二軸押出機(宇部興産(株)製 二軸押出機、内径55 mm、L/D=60)を使用した。非晶質ポリオレフィンとしての非晶質プロピレン・ブテン-1共重合体、ウベタックUT-2780〔宇部レキセン(株)製、プロピレン含量71モル%、数平均分子量6500、結晶融解熱量7 Joule/g、軟化点110℃〕を150℃に熔融し、シリンダーブロックC<sub>1</sub>に設けた注入口より毎時10 kgで供給した。また、不飽和カルボン酸として70℃の熔融無水マレイン酸(クリスタルマン、日本油脂(株)製)および有機過酸化物として常温のパーブチルI〔日本油脂(株)製、tert-ブチルペルオキシイソプロピルモノカーボネート、分解半減期1分温度:155℃〕を各々シリンダーブロックC<sub>2</sub>、C<sub>3</sub>に設けた注入口から、各々毎時0.3 kg、0.3 kgで供給した。なお、シリンダーブロックC<sub>11</sub>に設けられたベント口は約20 mmHgに減圧脱気し、未反応無水マレイン酸を除去した。

【0024】次いで、シリンダーブロックC<sub>12</sub>に設けたベント口より、無水酢酸亜鉛を毎時0.15 kgで供給した。なお、ダイス出口側に最も近いC<sub>16</sub>のベント口は真空ポンプに直結し、20 mmHgで減圧脱気した。ノズルからはゴム弾性のある半透明の吐出物が棒状で得られた。得られた改質物の酸価は20 mg KOH/g、中

和度は30%であり、赤外吸収スペクトルでは、1780 cm<sup>-1</sup>と1720 cm<sup>-1</sup>にグラフト共重合した無水マレイン酸に起因する吸収と、1580 cm<sup>-1</sup>にグラフト共重合した無水マレイン酸が酢酸亜鉛のZn<sup>++</sup>で中和された構造に起因する吸収とが明瞭に観察され、本共重合体に無水マレイン酸がグラフト共重合し、次いでグラフト共重合した無水マレイン酸の30%がZn<sup>++</sup>で中和されていることが判明した。

【0025】得られた改質物を用いて、引張強さをJIS K7113により、また熔融粘度(190℃)をE型粘度計によりそれぞれ測定した。さらに、ナイロン6フィルム(UBEナイロン1024B、厚さ50 μm)とおしの接着強さを測定した。すなわち、ナイロン6フィルム間に改質物を挟み、160℃、加圧力5 kg/cm<sup>2</sup>で10秒間熱プレスしたのち、室温まで放冷した。接着剤(改質物)層の厚さは約50 μmであった。次いで、これを巾25 mmに断裁し、23℃恒温室中引張速度200 mm/分でT剥離強さを測定した。組成配合、シリンダーの設定温度および結果を表1に示す。

#### 20 【0026】実施例2

実施例1において、非晶質ポリオレフィンを非晶質プロピレン・エチレン共重合体、ウベタックUT-2585〔宇部レキセン(株)製、プロピレン含量80モル%、数平均分子量6200、結晶融解熱量12 Joule/g、軟化点129℃〕に代えた以外は、実施例1と同様に行なった。結果を表1に示す。

#### 【0027】実施例3

実施例1において、非晶質ポリオレフィンを非晶質プロピレン・エチレン共重合体、ウベタックUT-2280〔宇部レキセン(株)製、プロピレン含量95モル%、数平均分子量6000、結晶融解熱量15 Joule/g、軟化点146℃〕に代えてその供給温度を変え、有機過酸化物をパーブチルZ〔日本油脂(株)製、tert-ブチルペルオキシベンゾエート、分解半減期1分温度:170℃〕に代え、無水酢酸亜鉛を酸化亜鉛に代えてその供給量を変え、シリンダー設定温度を変えた以外は、実施例1と同様に行なった。結果を表1に示す。

#### 【0028】実施例4

実施例3において、非晶質ポリオレフィンを非晶質ポリプロピレン、ウベタックUT-2115〔宇部レキセン(株)製、プロピレン含量100モル%、数平均分子量3400、結晶融解熱量18 Joule/g、軟化点152℃〕に代えた以外は、実施例3と同様に行なった。結果を表1に示す。

【0029】

【表1】

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4
非晶質ポリオレフィン		70ビレン・ブテン-1 共重合体 UT-2780	70ビレン・エチレン 共重合体 UT-2585	70ビレン・エチレン 共重合体 UT-2280	70プロピレン UT-2115
グレード					
70ビレン含量 (モル%)		71	80	95	100
数平均分子量		6500	6200	6000	3400
結晶融解熱量 (Joule/g)		7	12	15	18
軟化点 (°C)		110	129	146	152
供給温度 (°C)		150	150	170	170
供給量 (kg/hr)		10	10	10	10
不飽和カルボン酸 供給量 (kg/hr)		無水マレイン酸 0.3	無水マレイン酸 0.3	無水マレイン酸 0.3	無水マレイン酸 0.3
有機過酸化物 供給量 (kg/hr)		パーブチル I 0.3	パーブチル I 0.3	パーブチル Z 0.3	パーブチル Z 0.3
イオン性金属化合物 供給量 (kg/hr)		酢酸亜鉛 0.15	酢酸亜鉛 0.15	酸化亜鉛 0.80	酸化亜鉛 0.80
シリ ン ダ ー	設定 温度 (°C)				
	C <sub>0</sub> ~ C <sub>3</sub>	30	30	30	30
	C <sub>4</sub> ~ C <sub>5</sub>	100	100	120	120
	C <sub>6</sub> ~ C <sub>16</sub>	160	160	170	170
	C <sub>17</sub>	100	100	100	100
改 質 物 の 物 性	酸 価 (mgKOH/g)	24	24	22	22
	中和度 (%)	26	26	32	32
	溶解粘度 (190°C、PS)	700	680	650	130
	引張強さ (kg/cm <sup>2</sup> )	22	20	18	25
	接着ナイロン 6 フィ ルムの剥離強さ (kg/25mm)	3.4	3.0	3.1	3.7

## 【0030】比較例 1

実施例 1 において、非晶質プロピレン・ブテン-1 共重 30  
合体、ウベタック UT-2780 を改質することなく、  
そのまま実施例 1 と同様に物性を測定した。結果を表 2  
に示す。

## 【0031】比較例 2

実施例 1 において、イオン性金属化合物を供給しなかつ  
た以外は、実施例 1 と同様に行なった。結果を表 2 に示  
す。

## 【0032】

【表 2】

(7)

特開平9-3124

11

12

	比較例 1	比較例 2
非晶質ポリオレフィン	70ビニル・70ノル-I 共重合体 UT-2780	70ビニル・70ノル-I 共重合体 UT-2780
グレード	71	71
70ビニル含量 (モル%)	6500	6500
数平均分子量	7	7
結晶融解熱量 (Joule/g)	110	110
軟化点 (°C)	150	150
供給温度 (°C)	10	10
供給量 (kg/hr)		
不飽和カルボン酸 供給量 (kg/hr)		無水マリン酸 0.3
有機過酸化物 供給量 (kg/hr)	改質せず	パーブチル I 0.3
イオン性金属化合物 供給量 (kg/hr)		—
シリ ン ダ ー 設 定 温 度 (°C)	C <sub>0</sub> ~ C <sub>3</sub> C <sub>4</sub> ~ C <sub>5</sub> C <sub>6</sub> ~ C <sub>16</sub> C <sub>17</sub>	30 100 160 100
改 質 物 の 物 性	酸 価 (mgKOH/g) 中和度 (%) 溶融粘度 (190°C、PS) 引張強さ (kg/cm <sup>2</sup> ) 接着ナイロン 6 フィ ルムの T 剥離強さ (kg/25mm)	0 — 80 12 0.4 30 0 50 10 3.5

10

20

\*【0033】

【発明の効果】本発明の酸変性非晶質ポリオレフィン  
は柔軟性に加え接着性、強靱性、耐熱性、耐ビンホール性  
に優れ、包装材、成形加工材、各種接着剤、改質剤とし  
て広く使用することができる。

\*

フロントページの続き

(72)発明者 国村 勝

大阪府枚方市中宮北町3番10号 宇部興産  
株式会社枚方研究所内

(72)発明者 山本 芳一

山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地  
宇部興産株式会社樹脂加工機研究所内

(72)発明者 鶴谷 巖

東京都品川区東品川2丁目3番11号UBE  
ビル5F 宇部レキセン株式会社内